SNI 06-2462-1991

Standar Nasional Indonesia

Metode pengujian kadar merkuri dalam air dengan atomisasi dingin spektrofotometer

]

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

DAFTAR ISI

halaman

I. DESKRIPSI

1.1 Maksud dan Tujuan

1.1.1 Maksud

Metode pengujian ini dimaksudkan sebagai pegangan dalam pelaksanaan pengujian kadar merkuri, Hg dalam air.

1.1.2 Tujuan

Tujuan metode pengujian ini untuk memperoleh kadar merkuri terlarut dan merkuri total dalam air.

1.2 Ruang Lingkup

Lingkup pengujian meliputi:

1) cara pengujian kadar merkuri terlarut dan merkuri total yang terdapat dalam air antara 0,6-15 µg/L;
2) penggunaan metode atomisasi dingin dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 253,6 nm.

1.3 Pengertian

Beberapa pengertian yang berkaitan dengan metode pengujian ini:

1) **merkuri terlarut** adalah ion merkuri dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 µm;
2) **merkuri total** adalah jumlah unsur merkuri yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat;
3) **kurva kalibrasi** adalah grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan-masuk yang biasanya merupakan garis lurus;
4) **larutan induk** adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah;
5) **larutan baku** adalah larutan yang mengandung kadar yang sudah diketahui secara pasti dan langsung digunakan sebagai pembanding dalam pengujian.

II. CARA PELAKSANAAN

2.1 Peralatan dan Bahan Penunjang Uji

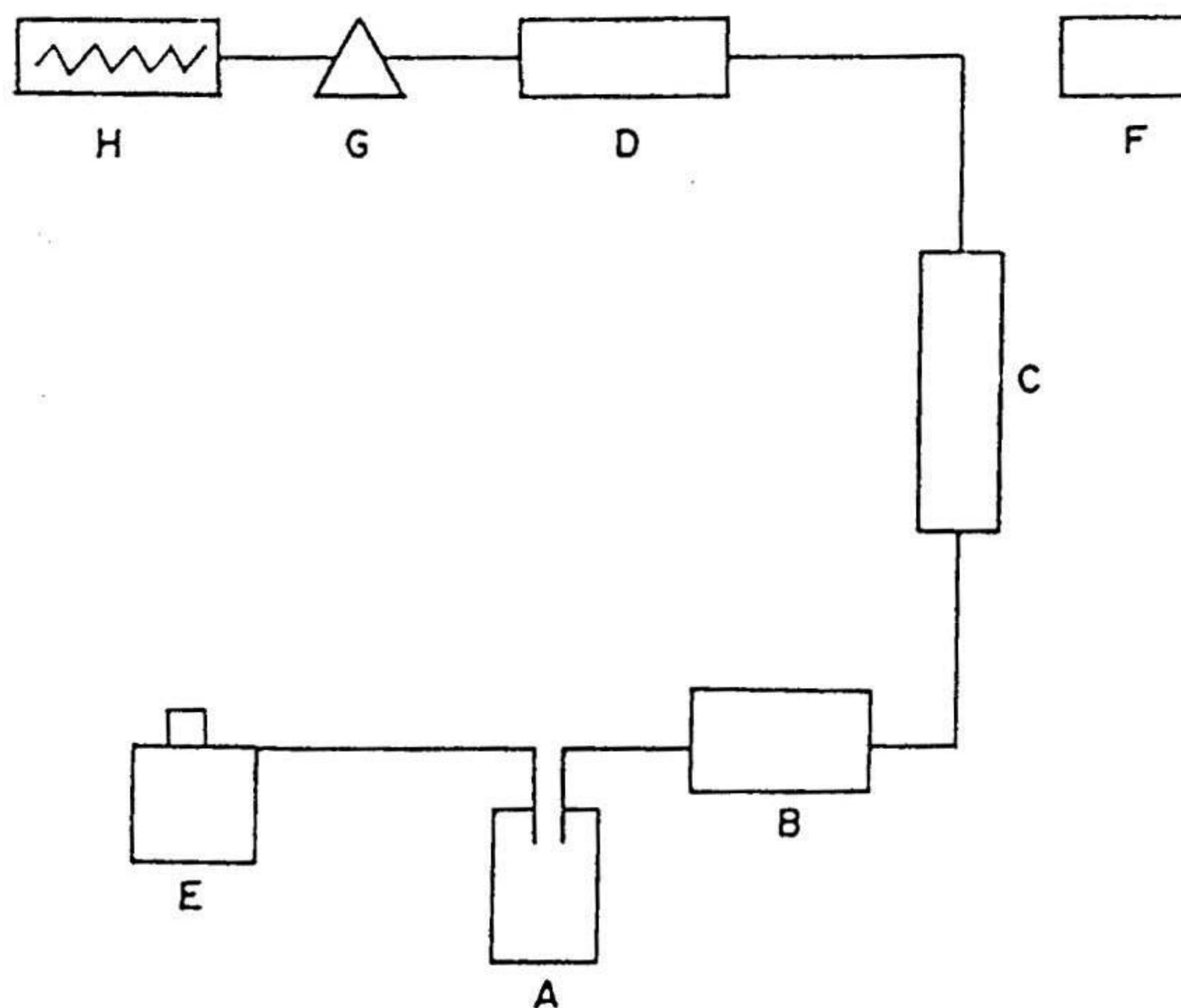
2.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

1) spektrofotometer serapan atom sinar tunggal atau sinar ganda yang mempunyai kisaran panjang gelombang antara 190-870 nm dan lebar celah antara 0,2-2 nm, dan telah dikalibrasi pada saat digunakan, serta mempunyai perlengkapan analisis merkuri (lihat Gambar 1);
2) pemanas listrik yang dilengkapi pengatur suhu;
3) pengaduk magnet yang dilengkapi pengatur kecepatan putar tetap;
4) labu ukur 100 dan 1000 mL;
5) labu erlenmeyer 250 mL;
6) gelas ukur 100 mL;
7) pipet seukuran 10 mL;
8) pipet ukur 10 mL;
9) pipet mikro 25 dan 50 µL;
10) botol gelas 250 mL.

2.1.2 Bahan Penunjang Uji

Bahan kimia yang berkualitas p.a. dan bahan lain yang digunakan dalam pengujian ini terdiri atas:

1) kemasan larutan logam Hg 1,0 g atau kemasan larutan induk Hg 1000 mg/L;
2) larutan kalium permanganat, $KMnO_4$, 5%;
3) larutan kalium persulfat, $K_2S_2O_8$, 5%;
4) larutan NaCl-hidroksilamin sulfat 12%;
5) larutan stano klorida, $SnCl_2$, 10%;
6) asam nitrat, HNO_3, pekat;
7) magnesium klorat, $MgClO_4$;
8) saringan membran berpori 0,45 µm;
9) asam sulfat, H_2SO_4, pekat.

GAMBAR 1
SKEMA PERLENGKAPAN ANALISIS MERKURI

Keterangan:

A : Bejana untuk benda uji
B : Tabung penyaring berisi $MgClO_4$
C : Pengukur aliran udara
D : Sel penyerap
E : Kompresor udara
F : Lampu merkuri
G : Detektor
H : Rekorder

2.2 Persiapan Benda Uji

2.2.1 Pengujian Merkuri Terlarut

Siapkan benda uji dengan tahapan sebagai berikut:

1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M-02-1989-F;
2) ukur 125 mL contoh uji secara duplo dan saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm, air saringan merupakan benda uji;
3) masukkan benda uji ke dalam botol gelas yang bersih;
4) benda uji siap diuji.

2.2.2 Pengujian Merkuri Total

Siapkan benda uji dengan tahapan sebagai berikut:

1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M-02-1989-F;
2) kocok contoh uji dan ukur 100 mL secara duplo, kemudian masukkan masing-masing ke dalam labu erlenmeyer 250 mL;
3) tambahkan ke dalam labu erlenmeyer masing- masing 5 mL larutan asam sulfat pekat, 2,5 mL asam nitrat pekat dan 15 mL larutan $KMnO_4$ 5%, serta biarkan 15 menit;
4) tambahkan ke dalam labu erlenmeyer masing- masing 8 mL larutan kalium persulfat 5%;
5) panaskan labu erlenmeyer tersebut 95° C diatas penangas air selama 2 jam;
6) dinginkan, kemudian tambahkan larutan hidroksilamin sampai warna merah dari larutan hilang;
7) encerkan lagi dengan air suling sampai volumenya 100 mL;
8) benda uji siap diuji.

2.3 Persiapan Pengujian

2.3.1 Pembuatan Larutan Induk Merkuri, Hg

Buat larutan induk merkuri 1000 mg/L dengan tahapan sebagai berikut:

1) tuangkan larutan logam Hg 1,0 g dari kemasan ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan 1,5 mL HNO_3 pekat;

2) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera.

2.3.2 Pembuatan Larutan Baku Merkuri, Hg

Buat larutan baku merkuri dengan tahapan sebagai berikut:

1) pipet 10 mL larutan induk merkuri 1000 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
2) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh larutan merkuri 100 mg/L;
3) pipet 0, 25, 50, 75 dan 100 µL larutan merkuri 100 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 1000 mL;
4) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar merkuri 0; 2,5; 5,0; 7,5 dan 10,0 µg/L.

2.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Buat kurva kalibrasi dengan tahapan sebagai berikut:

1) atur alat SSA dan perlengkapannya serta optimalkan untuk pengukuran merkuri sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;
2) masukkan 100 mL larutan baku ke dalam bejana masing-masing secara duplo untuk setiap kadar larutan;
3) tambahkan masing-masing 5 mL asam sulfat pekat dan 2,5 mL asam nitrat pekat;
4) tambahkan masing-masing 5 mL larutan $SnCl_2$ dan segera tutup bejananya;
5) aduk larutan selama 90 detik dengan pengaduk
6) alirkan udara melalui bejana, dan catat serapan-masuk yang muncul pada rekorder;
7) apabila perbedaan pengukuran secara duplo lebih dari 2% periksa keadaan alat dan ulangi langkah 1) sampai langkah 6), apabila perbedaannya kurang atau sama dengan 2% rata-ratakan hasilnya;
8) buat kurva kalibrasi dari data di atas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

2.4 Cara Uji

Lakukan pengujian dengan tahapan sebagai berikut:

1) ukur 100 mL benda uji dan masukkan ke dalam bejana;

2) tambahkan masing-masing 5 mL asam sulfat pekat dan 2,5 mL asam nitrat pekat;
3) tambahkan masing-masing 5 mL larutan $SnCl_2$ dan segera tutup bejananya;
4) aduk larutan selama 90 detik dengan pengaduk magnet;
5) alirkan udara melalui bejana, dan catat serapan-masuk yang muncul pada rekorder.

2.5 Perhitungan

Hitung kadar merkuri dalam benda uji dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis lurus dan perhatikan hal-hal sebagai berikut:

1) selisih kadar maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran duplo adalah 2%, rata- ratakan hasilnya;
2) bila hasil perhitungan kadar merkuri lebih besar dari 15 µg/L, ulangi pengujian dengan mengencerkan benda uji.

2.6 Laporan

Catat pada formulir kerja hal-hal sebagai berikut:

1) parameter yang diperiksa;
2) nama pemeriksa;
3) tanggal pemeriksaan;
4) nomor laboratorium;
5) data kurva kalibrasi;
6) nomor contoh uji;
7) lokasi pengambilan contoh uji;
8) waktu pengambilan contoh uji;
9) pembacaan serapan masuk pertama dan kedua;
10) kadar dalam benda uji.

DAFTAR RUJUKAN

1 American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation,
1985 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 16 th Edition, APHA, Washington D.C.

2 Departemen Pekerjaan Umum,
1989 Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air. Nomor SK SNI M-02-1989-F, Yayasan LPMB, Bandung.